



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **91400486.6**

⑥ Int. Cl.<sup>5</sup> : **C08L 91/06, C09G 1/08,  
A61K 7/06**

㉑ Date de dépôt : **22.02.91**

③① Priorité : **23.02.90 FR 9002295**

④③ Date de publication de la demande :  
**11.09.91 Bulletin 91/37**

⑥④ Etats contractants désignés :  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL SE**

⑦① Demandeur : **L'OREAL**  
**14, Rue Royale**  
**F-75008 Paris (FR)**

⑦② Inventeur : **Vanlerberghe, Guy**  
**Rue du Général de Gaulle**  
**F-77410 Montjay la Tour (FR)**  
Inventeur : **Nicolas-Morgantini Luc**  
**5, rue du Vignet**  
**F-60810 Rully (FR)**  
Inventeur : **Lety, Alain**  
**9, rue de Metz**  
**F-77400 Lagny S/Marne (FR)**

⑦④ Mandataire : **Tonnellier, Jean-Claude et al**  
**Cabinet Nony & Cie. 29, rue Cambacérès**  
**F-75008 Paris (FR)**

⑤④ **Compositions fluides contenant une microdispersion de cire et d'un tensio-actif cationique, leur préparation et leur utilisation.**

⑤⑦ Composition fluide se présentant sous la forme d'une dispersion de cire dans un véhicule liquide constitué d'une seule phase, dans laquelle la phase dispersée est une microdispersion stable constituée de particules de dimensions inférieures à 0,5  $\mu\text{m}$ , lesdites particules sont constituées essentiellement d'un mélange d'au moins une cire, d'au moins un agent émulsionnant et éventuellement d'au moins une huile et/ou d'au moins un ingrédient actif liposoluble, ledit mélange ayant un point de fusion finissante supérieure à 50 °C et inférieur à 100°C, ladite composition contient, en poids, de 0,1 à 40 % de cire et de 0,01 à 25 % dudit agent émulsionnant, ledit agent émulsionnant est un émulsionnant cationique, et la concentration de ladite huile, lorsqu'elle est présente, est inférieure ou égale à 30 % en poids par rapport au poids de la cire ou du mélange de cires ; sa préparation et sa sensibilisation notamment comme agent d'entretien auto-lustrant ou comme composition cosmétique pour cheveux.

**EP 0 446 094 A1**

## COMPOSITIONS FLUIDES CONTENANT UNE MICRODISPERSION DE CIRE ET D'UN TENSIO-ACTIF CATIONIQUE, LEUR PREPARATION ET LEUR UTILISATION

La présente invention a pour objet des compositions fluides contenant une microdispersion de cire, ainsi qu'un procédé de préparation de ces compositions, et leur utilisation.

La demande de brevet français n°77.32762 (n° de publication 2.369.340) décrit des compositions parfumées solides, liquides ou pâteuses, contenant des particules fines d'un diamètre moyen de 0,1 à 200 µm comprenant jusqu'à 95% d'une cire ayant un point de fusion de 38 à 150°C. Ces particules sont destinées à servir de véhicule pour un parfum, le parfum représentant de 1 à 75% du poids des particules. La taille des particules est de préférence comprise entre 1 et 100µm, et plus spécialement entre 5 et 50µm. Ces particules sont incorporées dans un support ou une composition contenant un tensio-actif cationique. On procède par fragmentation mécanique des constituants des particules solides puis broyage, éventuellement en présence des autres constituants dans le cas où la composition à préparer est une composition liquide. Le produit broyé peut également être incorporé par mélange à un support solide ou liquide. Les compositions obtenues, qui se présentent sous la forme de pâtes, de crèmes ou de compositions liquides, sont utilisables pour le conditionnement des textiles, ainsi que pour le conditionnement de la chevelure.

On sait par ailleurs qu'il est possible d'obtenir avec certaines huiles des microémulsions et avec certaines cires des microdispersions, stables et, pour ces dernières, diluables à l'eau indéfiniment, sans aggrégation ni sédimentation des particules en suspension. Les microdispersions de cire sont obtenues par fusion de la cire en présence d'un tensio-actif anionique ou non-ionique, et éventuellement d'une partie de l'eau, puis addition progressive d'eau chaude avec agitation. On observe la formation intermédiaire d'une émulsion du type eau-dans-l'huile, suivie d'une inversion de phase avec obtention finale d'une émulsion du type huile-dans-l'eau. Au refroidissement, on obtient une microdispersion stable de particules colloïdales solides de cire ; voir par exemple "Microemulsions Theory and Practice", L.M. Prince Ed., Academic Press (1977) pages 21-32. Ces microdispersions de cire sont utilisées notamment pour faire briller les articles en cuir et les revêtements de sol en matière plastique.

Les cires sont des substances naturelles (animales ou végétales) ou synthétiques, solides à la température ordinaire (21°C), ayant généralement une certaine plasticité, qui sont insolubles dans l'eau, solubles dans les huiles, et qui sont capables de former des films hydrofuges. Sur la définition des cires, on peut citer par exemple P.D. Dorgan, Drug and Cosmetic Industry, Décembre 1983, pages 30-33, et Handbook of Cosmetic Science, H.W. Hibbot ed., Pergamon Press, Oxford (1963) p60.

Dans la présente demande, on appelle "microdispersion" une dispersion qui est obtenue par le procédé qui vient d'être rappelé, ou par un procédé analogue.

On a maintenant découvert que de telles microdispersions de cire peuvent être obtenues en remplaçant, dans le procédé qui vient d'être décrit, l'agent tensioactif anionique ou non-ionique par un agent tensio-actif cationique. Les nouvelles compositions obtenues présentent des propriétés intéressantes. Elles peuvent être utilisées par exemple comme agents d'entretien (produits auto-lustrants) des articles en cuir, des revêtements de sol (notamment en plastique), ou des meubles, auxquels elles confèrent un brillant durable, ou encore comme agents de conditionnement des textiles.

Ces compositions peuvent aussi être utilisées comme supports de compositions cosmétiques ou comme compositions cosmétiques, et en particulier comme lotions pour cheveux. Ces lotions présentent notamment la propriété surprenante de ne pas conférer aux cheveux un aspect gras mais, au contraire, de retarder l'apparition de l'aspect gras des cheveux, bien qu'elles contiennent comme ingrédient actif principal une cire, c'est-à-dire une substance classée parmi les matières grasses.

En outre, il n'était pas évident qu'il serait possible d'obtenir des microémulsions de cire en présence d'un émulsifiant cationique. On sait en effet que les cires qui sont impérativement présentes dans la composition et qui sont utilisées seules ou en mélange avec d'autres cires, contiennent pratiquement toujours des acides gras libres. On pouvait donc s'attendre à une incompatibilité des tensioactifs cationiques avec ces cires ayant un caractère anionique.

La présente invention a donc pour objet une composition fluide se présentant sous la forme d'une dispersion de cire dans un véhicule liquide constitué d'une seule phase, dans laquelle la phase dispersée est une microdispersion stable constituée de particules de dimensions inférieures à 0,5µm, lesdites particules sont constituées essentiellement d'un mélange d'au moins une cire, d'au moins un agent émulsifiant et éventuellement d'au moins une huile et/ou d'au moins un ingrédient actif liposoluble, ledit mélange ayant un point de fusion finissante supérieur à 50°C et inférieur à 100°C, ladite composition contenant, en poids, de 0,1 à 40 % de cire et de 0,01 à 25 % dudit agent émulsifiant, ledit agent émulsifiant est un émulsifiant cationique, et la concentration de ladite huile, lorsqu'elle est présente, est inférieure ou égale à 30 % en poids par rapport

au poids de la cire ou du mélange de cires.

La cire ou le mélange de cires utilisés selon l'invention doit donc être capable de donner, en association avec des agents émulsionnants cationiques, selon le procédé décrit ci-dessus, des microdispersions stables ayant des dimensions de particules inférieures à 0,5 micromètre. Les cires ou mélanges de cires utilisables peuvent être choisis par de simples expériences de routine.

Dans des modes de réalisation particuliers, les compositions de l'invention peuvent encore présenter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou en combinaison :

- la cire est une cire choisie parmi la cire de Carnauba, la cire de Candelilla, la cire d'Alfa et leurs mélanges ;
- la cire contient, outre de la cire de Carnauba ou de la cire de Candelilla ou leurs mélanges, une autre cire ou un mélange d'autres cires, par exemple une cire de paraffine, l'ozokérite, la cire de jojoba hydrogénée, la cire d'abeille éventuellement estérifiée, la cire de riz ou des céramides, y compris des céramides insaturés ; la proportion pondérale de cire de Carnauba et/ou de Candelilla, dans de tels mélanges, est de préférence supérieure ou égale à 50 % ;
- la proportion de cire dans la composition peut varier de 0,1 à 20 % en poids, et en particulier de 1 à 20 % ;
- l'édit agent émulsionnant cationique est caractérisé par une valeur de HLB comprise entre 11 et 16 ; les tensioactifs cationiques préférés sont des dérivés d'ammonium quaternaire ; des exemples de tels tensioactifs cationiques sont donnés dans la partie expérimentale ci-après.
- l'agent émulsionnant est présent à une concentration de 0,1 à 10 % en poids ;
- l'édit véhicule liquide contient de 70 % à 100 % en poids d'eau, par rapport au poids de la phase liquide ;
- le véhicule aqueux est constitué par de l'eau ;
- le rapport pondéral cire/émulsionnant peut varier dans la gamme de 1 à 20, notamment de 2 à 10 ;
- les ingrédients actifs liposolubles sont par exemple des colorants liposolubles, ou des filtres solaires (substances capables de conférer une protection à un substrat tel que la peau et/ou les cheveux contre les effets nocifs du rayonnement ultraviolet) liposolubles ; la concentration du ou des ingrédients actifs liposolubles, lorsqu'ils sont présents, peut aller jusqu'à 30 % (généralement jusqu'à 10 %) en poids par rapport à la cire ou au mélange de cires ;
- au moins un composé amphiphile (non émulsionnant des cires) tel que le cholestérol, les alcools gras contenant au moins 12 carbones etc., peut être associé à la cire ; la concentration en composés amphiphiles peut atteindre jusqu'à 30 % (en particulier jusqu'à 10 %) en poids par rapport à la cire ;
- la composition est exempte d'huile, ou bien la concentration de l'huile, lorsqu'elle est présente est inférieure ou égale à 10 % en poids par rapport au poids de la cire ou du mélange de cires ; parmi les huiles utilisables, on citera notamment celles qui sont mentionnées dans la partie expérimentale ci-dessous ;
- la proportion pondérale totale de cire et de composés amphiphiles non émulsionnants éventuellement présents, dans les particules (agents émulsionnants mis à part), est généralement supérieure à 90 %, et le plus souvent supérieure à 95 %, le reste étant constitué par les huiles et les ingrédients liposolubles éventuellement présents.

De préférence, les compositions de l'invention ne contiennent pas de tensio-actifs non ioniques et/ou anioniques.

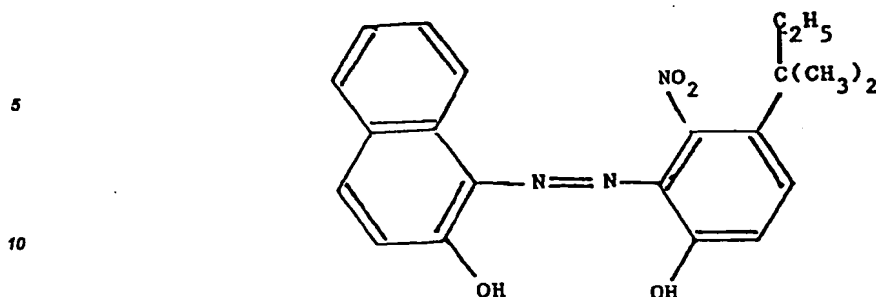
Les cires végétales de Carnauba (extraites de *Copernicia Cerifera*), de Candelilla (extraites de *Euphorbia Cerifera* et de *Pedilantus Pavonis*), et d'Alfa (extraites de *Stipa Tenacissima*) sont des produits commerciaux.

Les céramides sont les principaux lipides constitutifs des espaces intercoméocytaires du stratum corneum. Ils ont été décrits, en particulier par Downing dans Science 1982 p 1261-2 vol.18. Les céramides sont utilisés notamment dans les compositions cosmétiques comme agents anti-vieillessement et comme agents hydratants ; voir par exemple la demande de brevet japonais 87.176907. Dans les compositions capillaires, ils agissent comme agents de protection du cheveu ; voir par exemple la demande de brevet européen 0278505.

Ces céramides sont difficiles à disperser dans les compositions cosmétiques. Grâce à la présente invention, il est possible de les disperser à des concentrations élevées.

Les colorants liposolubles éventuellement présents dans la composition sont par exemple :

- Nitro 1-amino-3 isopropyl 4 aniline,
- Nitro 1-méthyl-2 méthylamino 3 méthyl 4 aniline,
- Nitro 3 butylamino 4 phénol,
- Hydroxy-4 méthyl-3 phénylazo benzène,
- Le produit de formule :



Parmi les filtres solaires liposolubles éventuellement présents dans la composition de l'invention, on peut citer notamment les suivants, qui sont disponibles dans le commerce :

- le 3-benzylidène-d,1-camphre,
- le 3-(4'-méthylbenzylidène)-d, 1-camphre,
- le 4-(diméthylamino)-benzoate d'amyle,
- le p-méthoxycinnamate d'amyle et d'isoamyle,
- le salicylate de méthyle,

L'un des avantages de la composition de l'invention est de permettre l'utilisation de ces ingrédients liposolubles en milieu aqueux.

Les compositions de l'invention peuvent également constituer des supports de compositions, auxquels on ajoute d'autres ingrédients.

Les compositions obtenues selon l'invention peuvent contenir, notamment, un ou plusieurs ingrédients secondaires usuels tels que des agents épaississants, des agents modificateurs de pH, des parfums, des agents conservateurs, ou des agents antistatiques.

Les agents épaississants doivent être compatibles avec les tensioactifs cationiques utilisés. Ils sont utilisés à une concentration telle que la viscosité de la composition soit au plus égale à 25 poises (soit 2,5 Pa.s) environ à 25°C (viscosimètre Contraves, corps de mesure n° 3 ; temps de rotation 10 minutes, à 200 tours/min).

Les parfums utilisables sont des parfums usuels, solubles dans la cire ou dispersibles ou solubles dans l'eau, en particulier ceux qui sont dispersibles ou solubles dans l'eau. Ils sont généralement utilisés à une concentration ne dépassant pas 5 % en poids.

Les agents conservateurs éventuellement présents sont par exemple la diméthyloldiméthylhydantoïne et les dérivés d'imidazolidinyl urée. Ils sont utilisés aux concentrations efficaces usuelles.

Le pH des compositions selon l'invention peut varier par exemple de 1 à 13 et de préférences de 3 à 11. Le pH peut éventuellement être ajusté à l'aide d'un agent modificateur de pH usuel.

Les compositions selon l'invention sont obtenues par formation à chaud d'une microémulsion. Plus précisément, ces compositions sont obtenues par un procédé principalement caractérisé par le fait que l'on chauffe le mélange de cire et d'émulsifiant, additionné éventuellement d'huile et/ou des substances liposolubles, à une température supérieure à la température de fusion du mélange et non supérieure à 100°C, éventuellement en présence d'une partie de l'eau, jusqu'à fusion complète, que l'on ajoute progressivement l'eau, ou le restant de l'eau, portée à une température au moins égale à ladite température, en agitant, jusqu'à formation d'une microémulsion de cire dans une phase continue aqueuse, qui par refroidissement jusqu'à la température ambiante conduit à une microdispersion de cire.

Les ingrédients secondaires éventuellement présents dans la composition sont ajoutés selon les cas soit dans les produits de départ, soit dans la composition terminée. Les ingrédients liposolubles sont généralement ajoutés à la cire, avant la réalisation de la microdispersion.

Les ingrédients hydrosolubles non volatils peuvent être ajoutés éventuellement dans l'eau utilisée pour réaliser la microdispersion.

Les compositions auto-lustrantes pour articles en cuir, meubles ou revêtements de sol, obtenues selon l'invention, sont appliquées selon les méthodes usuelles, à l'aide d'un applicateur absorbant, par exemple en feutre ou en mousse expansée de matière plastique. On peut aussi appliquer la composition par pulvérisation et étaler en frottant la surface traitée avec un tissu doux.

Les compositions de conditionnement de textiles obtenues selon l'invention sont appliquées par exemple par mélange au liquide de rinçage.

Les compositions cosmétiques selon l'invention peuvent notamment être utilisées comme lotions coiffantes et aussi comme lotions destinées à améliorer l'aspect des cheveux chez les sujets ayant les cheveux gras.

Elles peuvent être appliquées sur cheveux secs et propres, et aussi avant ou après un shampoing. Elles peuvent être rincées ou non rincées.

Lorsqu'elles sont appliquées avant ou après un shampoing, l'application étant suivie ou non d'un rinçage à l'eau, elles disciplinent les cheveux et communiquent à la coiffure de la tenue et du volume. En outre, elles retardent le phénomène de regrainage des cheveux observé chez les sujets ayant les cheveux gras.

Pour éviter ce phénomène de regrainage, on peut appliquer la composition de l'invention sur les cheveux séchés après lavage, et en particulier sur la partie des cheveux voisine de la racine. Dans ce cas, la composition n'est pas rincée. On observe que, malgré l'absence de rinçage, la composition ne communique pas aux cheveux un toucher poisseux, et ne provoque pas de phénomène de collage des cheveux.

Malgré la présence d'une cire dans la composition, aucun aspect gras n'est communiqué aux cheveux, même en l'absence de rinçage. En outre, malgré la présence d'une forte proportion d'eau dans la composition, le séchage ne pose pas de problèmes et s'effectue rapidement.

Quand les compositions contiennent un agent colorant liposoluble, elles peuvent être utilisées comme compositions de teinture pour cheveux.

Il convient encore de noter que les supports de compositions selon l'invention, qui sont diluables en toutes proportions avec de l'eau, peuvent être réalisés sous forme de supports de compositions concentrés contenant des proportions élevées de cire, par exemple de 1 à 40 % en poids.

Ces supports de compositions concentrés peuvent être dilués au moment de l'emploi, pour obtenir une concentration en cire pouvant aller par exemple de 0,1 à 10 %.

On peut également ajouter (après dilution, dans le cas des compositions concentrées) des ingrédients secondaires.

Les supports de compositions obtenus selon l'invention sont donc d'une part les microdispersions concentrées mentionnées ci-dessus, à diluer au moment de l'emploi, et d'autre part les microdispersions non concentrées (contenant au moins l'eau, la cire et le tensio-actif) auxquelles on peut ajouter, au moment de l'emploi, des ingrédients secondaires.

L'invention a également pour objet un procédé de traitement cosmétique des cheveux destiné à améliorer la tenue et le volume de la coiffure et/ou à supprimer ou à retarder l'apparition de l'aspect gras des cheveux, caractérisé par le fait que l'on applique, au moins sur la partie des cheveux voisine de la racine, une composition telle que définie précédemment, en quantité suffisante pour imprégner les cheveux ou les parties de cheveux à traiter.

Ce procédé de traitement cosmétique des cheveux est mis en oeuvre comme cela a été indiqué ci-dessus. Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois la limiter.

#### EXEMPLES 1 A 20 :

##### Exemples de préparation de microdispersions de cire

La procédure de préparation est la suivante :

On mélange la cire et l'agent émulsionnant cationique et l'on chauffe le mélange à 90°C environ en agitant doucement pour obtenir une bonne homogénéisation. On incorpore ensuite sous agitation l'eau préalablement chauffée à 90°C et on obtient une microémulsion. La microémulsion de cire est ensuite ramenée à température ambiante et forme alors une microdispersion.

Les résultats obtenus avec la cire de Camauba (10 % en poids, par rapport au poids total de la composition) et divers émulsionnants cationiques sont résumés dans le tableau I.

Les mesures granulométriques concernant les particules en suspension (diamètre hydrodynamique moyen) ont été effectuées par diffusion quasi-élastique de la lumière à l'aide d'un granulomètre laser Coulter N4 à 25°C.

TABLEAU I

5

10

15

20

25

30

35

40

EXEMPLES	EMULSIONNANT	CONCENTRATION PONDERALE (%)	DIAMETRE MOYEN des particules (nm)
1	bromure de cétyltriméthyl ammonium (CTA)	3,33	68
2		3,79	60
3		2,84	149
4		3,00	74
5	chlorure de CTA	3,33	106
6	oxalate de CTA	3,42	79
7	gallate de CTA	4,72	50
8	salicylate de CTA	1,75	162
9	„	2,63	41
10	„	4,38	15
11	bromure de cétyl- pyridinium (CP)	4,18	43
12	chlorure de CP	3,72	45
13	chlorure de cétyl diméthylbenzyl ammonium (CDBA)	4,31	25
14	salicylate de cétyl- azabicyclo-octazonium	4,94	30
15	Arquad 16-50 *	3,33	286
16	Arquad 18-50 *	3,62	303
17	Arquad T-50 *	3,62	243
18	Arquad 2C-75 *	4,35	255
19	Ethoquad C/12 *	2,50	350
20	Ethoquad O/12 *	2,50	106

\* Nom commercial de dérivés d'ammonium quaternaire à chaîne grasse commercialisés par Armac Chemicals.

#### EXEMPLES 21 à 27

De façon analogue, on a préparé des microdispersions à 15 % de cire de Carnauba. Les résultats sont résumés dans le tableau II.

55

TABLEAU II

EXEMPLES	EMULSIONNANT	CONCENTRATION PONDERALE (%)	DIAMETRE MOYEN des particules (nm)
21	bromure de CTA	2,27	179
22	,,	3,41	80
23	,,	5,00	55
24	,,	5,68	51
25	chlorure de cétyl/ stéaryldiméthyl éthanolammonium	3,51	83
26		5,00	71
27	bromure de myristyltriméthyl ammonium	3,41	147

**EXEMPLES 28 à 40**

De façon analogue on a préparé des microdispersions à 10 % de mélanges de cire. Le tensio-actif cationique était dans chaque cas le bromure de CTA (3,79 % en poids). Les résultats sont résumés dans le tableau III.

TABLEAU III

EXEMPLES	CIRES % en poids	DIAMETRE MOYEN des particules (nm)
28 29 30	Carnauba + Paraffine 9 1 8 2 7 3	94 124 160
31 32	Carnauba + Ozokérite * 9 1 7 3	94 195
33 34	Carnauba + Candelilla 9 1 7 3	67 136
35	Carnauba + cire de Jojoba hydrogénée* 9 1	104
36 37 38	Carnauba + cire de riz 9 1 7 3 5 5	97 173 197
39 40	Carnauba + Cera Bellina** 9 1 7 3	106 138

\* Commercialisée par Quest International

\*\* Cire d'abeille estérifiée (Quest International)

#### EXEMPLES 41 à 43

On a préparé des microdispersions de cires ayant la composition pondérale suivante :

Carnauba.....	10	%
Additif lipophile.....	x	%
Bromure de CTA.....	3,79	%
Eau.....q.s.p.....	100	%

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :



TABLEAU IV

5

10

15

20

EXEMPLES	ADDITIF LIPOPHILE	DIAMETRE MOYEN
	x =	(nm)
41	Colorant* 1Z	29
42	Parsol MCX 3Z	350
43	<div> <div>Parsol MCX 2,4Z</div> <div>Uvinul M40 0,6Z</div> </div>	256

25

\* isopropyl-2 nitro-6 aniline

Le Parsol MCX est la dénomination commerciale de l'octyl méthoxy cinnamate, commercialisé par GIVAUDAN, et utilisé comme agent de filtration des ultraviolets ("filtre solaire").

30

Uvinul M40 est la dénomination commerciale de la benzophénone-3, commercialisée par BASF et utilisée comme filtre solaire.

La procédure de préparation est la suivante : on mélange la cire, l'agent émulsionnant cationique et les produits actifs liposolubles (colorant ou filtre solaire), puis on procède comme à l'exemple 1.

35

EXEMPLES 44 à 46

De façon analogue à celle décrite aux exemples 41 à 43, on a préparé des microdispersions de cires ayant la composition pondérale suivante :

40

45

Carnauba.....	x	Z
Huile.....	y	Z
Bromure de CTA.....	3,79Z	
Eau.....	86,21Z	

avec  $x + y = 10$ 

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

50

55

TABLEAU V

5

10

15

20

25

EXEMPLES	CIRE x =	HUILE y =	DIAMETRE DES PARTICULES DES PARTICULES (nm)
44a	Carnauba 9	huile de paraffine 1	43
44b	7	3	106
45a	Carnauba 9	DV 1	29
45b	7	3	39
46a	Carnauba 9	huile de tournesol 1	85
46b	7	3	174

30

DV : (Ethyl-2 hexyloxy)-3 hexadecanoyloxy-1 propanol-2, décrit dans le brevet FR 2222351.

35

**EXEMPLES 47 à 49**

De façon analogue, on a préparé des microdispersions de cire ayant la composition pondérale suivante :

40

Carnauba.....	x	z
Céramide et/ou cholestérol.....	y	z
Bromure de CTA.....	3,79	z
Eau.....	86,21	z

45

avec  $x + y = 10$

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

50

55

TABLEAU VI

EXEMPLES	CIRE + COMPOSE LIPOPHILE % en poids	DIAMETRE MOYEN des particules (nm)
47	Carnauba + DVA* 8      2	123
48a	Carnauba + cholestérol 9      1	91
48b	8      2	196
49	Carnauba + DVA + cholestérol 8      1      1	129

\*DVA : Céramide de formule  $C_{15}H_{31}CHOHCH(CH_2OH)NHCOC_{15}H_{31}$   
(mélange érythro:thréo)

### EXEMPLES DE PREPARATION DE COMPOSITIONS COSMETIQUES

#### EXEMPLE 1C : Lotion capillaire

Cette lotion est préparée en mélangeant dans l'ordre les constituants suivants :

Microdispersion à 10 % de cire

obtenue à l'exemple 1..... 97,3 g

Parahydroxybenzoate de méthyle..... 0,1 g

Dérivé d'imidazolidinylurée vendu sous la  
dénomination SUTTON CABS..... 0,2 g

NaOH q.s.p.      pH = 6,8

Eau q.s.p.      100 g

Cette lotion est appliquée après lavage et séchage des cheveux à raison d'environ 2 g par tête.  
La chevelure a du volume. Les cheveux ont du corps et sont bien disciplinés.

#### EXEMPLE 2C : Lotion capillaire

On opère, comme dans l'exemple 1C, avec les constituants suivants :

	Microdispersion à 15 % de cire	
5	obtenue à l'exemple 15.....	70 g
	Para hydroxybenzoate de méthyle.....	0,15g
	CERMALL 115 .....	0,2 g
	NaOH.....q.s.p      pH = 7	
10	Eau q.s.p.....	100 g

Cette lotion est appliquée sur des cheveux propres et séchés. Elle leur apporte du gonflant et de la brillance.

#### 15 EXEMPLE 3C et 4C : Gels coiffants

Ces gels ont la composition pondérale suivante :

20

	EXEMPLE N°3C	EXEMPLE N°4C
25	Microdispersion de l'exemple 22	12 g
	Méthyl hydroxypropyl cellulose	
30	commercialisé sous le nom de	2,20 g
	de METHOCEL 60 HG par Dow Corning	-
	Hydroxyéthyl cellulose commercialisé	
35	sous le nom NATROSOL 250 HHR par	-
	Aqualon	1,20 g
	p.hydroxybenzoate de méthyle	0,15 g
40	DOWICIL 200 - Dow Corning	0,3 g
	Eau q.s.p.	100 g
45		

On applique ces gels coiffants sur cheveux propres et secs sur toute la longueur des cheveux y compris les racines, à raison de 2 à 5 g par tête.

Les gels s'étalent facilement dans les cheveux qui ont un toucher soyeux et du volume, du gonflant et de la discipline.

#### 55 EXEMPLE 5C : Lotion capillaire

Cette lotion est préparée en mélangeant dans l'ordre les constituants suivants :

## Microdispersion de cire obtenue

5	à l'exemple 41.....	95	g
	Parahydroxybenzoate de méthyle.....	0,15	g
	GERMALL 115.....	0,2	g
	NaOH q.s.p pH = 6,8		
	Eau q.s.p.....	100	g

10

On applique cette solution (environ 2g/tête) rale par rale sur des cheveux secs non lavés et on laisse en contact 5 minutes avant d'effectuer un shampoing. Les cheveux présentent alors du volume et de la discipline. Les mèches sont colorés en jaune.

15 EXEMPLE 6C : Lotion capillaire

On opère, comme dans l'exemple 1C, avec les constituants suivants :

## 20 Microdispersion de cire obtenue

20	à l'exemple 43.....	97	g
	Para hydroxybenzoate de méthyle.....	0,1	g
	GERMALL 115.....	0,2	g
25	NaOH q.s.p pH = 6,8		
	Eau q.s.p.....	100	g

30 On applique cette composition sur cheveux propres et secs, sur les racines et sur la longueur des cheveux, à raison de 2 g par tête.

Les cheveux sont doux, ils présentent de la discipline et du gonflant. L'application de la composition confère en plus aux cheveux un effet de protection vis-à-vis du rayonnement UV.

EXEMPLE 7C

35

Cette lotion est préparée en mélangeant dans l'ordre les constituants suivants :

## Microdispersion de cire obtenue

40	à l'exemple 46a.....	95	g
	Para hydroxybenzoate de méthyle.....	0,15	g
	GERMALL 115.....	0,2	g
45	NaOH q.s.p pH = 6,9		

L'application de cette composition sur cheveux secs et propres apporte à la coiffure du gonflant et de la brillance.

50 EXEMPLE 8C

On opère, comme dans l'exemple 1C, avec les constituants suivants :

55

## Microdispersion de cire obtenue

à l'exemple 49.....	97	g
Para hydroxygenzoate de méthyle.....	0,1	g
GERMALL 115.....	0,2	g
NaOH q.s.p pH = 7		
Eau q.s.p.....	100	g

Cette composition est appliquée après un shampoing. Les cheveux présentent de la tenue, de la discipline et du corps.

## 15 Revendications

1. Composition fluide se présentant sous la forme d'une dispersion de cire dans un véhicule liquide constitué d'une seule phase, dans laquelle la phase dispersée est une microdispersion stable constituée de particules de dimensions inférieures à 0,5µm, lesdites particules sont constituées essentiellement d'un mélange d'au moins une cire, d'au moins un agent émulsionnant et éventuellement d'au moins une huile et/ou d'au moins un ingrédient actif liposoluble, ledit mélange ayant un point de fusion finissante supérieur à 50°C et inférieur à 100°C, ladite composition contient, en poids, de 0,1 à 40 % de cire et de 0,01 à 25 % dudit agent émulsionnant, ledit agent émulsionnant est un émulsionnant cationique, et la concentration de ladite huile, lorsqu'elle est présente, est inférieure ou égale à 30 % en poids par rapport au poids de la cire ou du mélange de cires.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait qu'elle est exempte de tensioactif non ionique.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait qu'elle est exempte de tensioactif anionique.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle est exempte de tensioactifs anioniques et non ioniques.
5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit agent émulsionnant est un dérivé d'ammonium quaternaire.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit agent émulsionnant a une valeur de HLB comprise entre 11 et 16.
7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que l'agent émulsionnant cationique est présent à une concentration de 0,1 à 10 %.
8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la concentration de l'huile, lorsqu'elle est présente, est inférieure à 10 % en poids par rapport au poids de la cire ou du mélange de cires.
9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle est exempte d'huile.
10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ladite cire est choisie parmi la cire de Carnauba, la cire de Candelilla, la cire d'Alfa, ou leurs mélanges.
11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la cire contient, outre de la cire de Carnauba ou de la cire de Candelilla ou leurs mélanges, une autre cire ou un mélange d'autres cires.
12. Composition selon la revendication 11, caractérisée par le fait que ladite autre cire est une cire de paraffine.

l'ozokérite, la cire de jojoba hydrogénée, la cire de riz ou la cire d'abeille éventuellement estérifiée.

13. Composition selon la revendication 12, caractérisée par le fait que ladite autre cire est un céramide.
- 5 14. Composition selon l'une quelconque des revendications 11 à 13 caractérisée par le fait que la proportion pondérale de cire de Carnauba et/ou de Candelilla est supérieure ou égale à 50 % par rapport au poids total de cire.
- 10 15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit véhicule liquide contient de 70 à 100 % d'eau, par rapport au poids de la phase liquide.
16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit véhicule aqueux est constitué par de l'eau.
- 15 17. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le rapport pondéral cire/émulsionnant est dans la gamme de 1 à 20.
18. Composition selon la revendication 17, caractérisée par le fait que ledit rapport est dans la gamme de 2 à 10.
- 20 19. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'au moins un composé amphiphile non émulsionnant des cires, tel que le cholestérol et les alcools gras ayant au moins 12 atomes de carbone est associé à la cire, à une concentration pouvant aller jusqu'à 30 %, et en particulier jusqu'à 10 % en poids par rapport à la cire.
- 25 20. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la concentration des ingrédients actifs liposolubles, lorsqu'ils sont présents, peut aller jusqu'à 30 % et en particulier jusqu'à 10 %, en poids par rapport à la cire ou au mélange de cires.
- 30 21. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la proportion pondérale de cire et de composés amphiphiles non émulsionnants éventuellement présents, dans les particules (agents émulsionnants mis à part), est supérieure à 90 %, et en particulier supérieure à 95 %.
- 35 22. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que lesdits ingrédients actifs liposolubles sont choisis parmi les colorants liposolubles et les substances liposolubles capables de conférer une protection contre les effets nocifs du rayonnement ultraviolet.
- 40 23. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle constitue une lotion pour cheveux.
24. Procédé de préparation d'une composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que l'on chauffe le mélange de cire et d'émulsionnant, additionné éventuellement d'huile et/ou des substances liposolubles, à une température supérieure à la température de fusion du mélange et non supérieure à 100°C, éventuellement en présence d'une partie de l'eau, jusqu'à fusion complète, que l'on ajoute progressivement l'eau, ou le restant de l'eau, portée à une température au moins égale à ladite température, en agitant, jusqu'à formation d'une microémulsion de cire dans une phase continue aqueuse, qui par refroidissement jusqu'à la température ambiante conduit à une microdispersion de cire.
- 45 25. Utilisation d'une composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 22, comme agent d'entretien auto-lustrant pour articles en cuir, revêtements de sol ou meubles, ou comme composition cosmétique ou support de composition cosmétique pour cheveux.
- 50 26. Procédé de traitement cosmétique des cheveux, destiné notamment à améliorer la tenue et le volume de la coiffure et/ou à supprimer ou retarder l'apparition de l'aspect gras des cheveux, caractérisé par le fait que l'on applique, au moins sur la partie des cheveux voisine de la racine, une composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 23, en quantité suffisante pour imprégner les cheveux ou

parties de cheveux à traiter.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 0486

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes.	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 13, no. 313 (C-618)[3661], 17 juillet 1989; & JP-A-1 096 247 (NIPPON YUKA KOGYO) 14-04-89 * En entier *	1-7, 9, 15-18	C 08 L 91/06 C 09 G 1/08 A 61 K 7/06
A, D	FR-A-2 369 340 (THE PROCTER & GAMBLE) * Revendications; page 14, lignes 8-9; page 21, exemple 11 *	1-7, 9, 15, 16, 23, 25	
A	GB-A-1 312 654 (EDWARD HOLBUS) * Revendications; page 2, lignes 91-98 *	1-8, 10, 15, 16	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 08 L C 09 G A 61 K
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 31-05-1991	Examinateur GIRARD Y.A.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

(Cont.) EP 91 40 0486